

19 BUNDESREPUBLIK **DEUTSCHLAND** 

# **® Offenl gungsschrift** <sub>10</sub> DE 196 03 093 A 1

(5) Int. Cl.6: G 01 F 23/22

C 23 C 16/26



**DEUTSCHES** 

(21) Aktenzeich n: 2 Anmeldetag:

196 03 093.5

29. 1.96

(43) Offenlegungstag:

31. 7.97

(7) Anmelder:

**PATENTAMT** 

② Erfinder:

Klages, Claus-Peter, Dr., 38102 Braunschweig, DE; Matthée, Thorsten, Dr., 38527 Meine, DE; Sattler, Martin, 20259 Hamburg, DE; Schäfer, Lothar, Dr., 38527 Meine, DE

(6) Entgegenhaltungen:

DE 43 12 529 A1 43 12 432 A1 DE 41 16 355 A1 DE US 41 96 624

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der

angewandten Forschung e.V., 80636 München, DE

(3) Stabförmige Elektrode mit einer Korrosionsschutzschicht und Verfahren zur Herstellung derselben

## 1 Beschreibung

### Technisches Gebiet

Die Erfindung betrifft eine stabförmige, insbesondere zylinderformige Elektrode gemäß dem Oberbegriff von Patentanspruch 1. Die Erfindung betrifft weiterhin ein Verfahren zur Herstellung einer derartigen Elektrode.

messen, können die elektrisch unterschiedlichen Eigenschaften zwischen der Gasphase und der Flüssigkeitsphase ausgenutzt werden. Durch Anlegen einer Spannung zwischen der Gefäßwand und einer Elektrode (= Leitfähigkeitssonde), die in einer bestimmten Höhe in 15 dem Gefäß angebracht ist, kann somit ermittelt werden, ob sich der Füllstand ober- oder unterhalb der Elektrode befindet. Die Messung kann konduktiv erfolgen, indem die unterschiedliche elektrische Leitfähigkeit von Fig. 1 sind zwei solcher Elektroden in einem Gefäß schematisch dargestellt. Die Messung kann aber auch kapazitiv erfolgen, indem die unterschiedliche Dielektrizitätskonstante von Gasphase und Flüssigkeitsphase ausgenutzt wird. In diesem Fall sind die in Fig. 1 darge- 25 stellten Elektroden vollständig isoliert.

Die Elektrode wird hierbei als ein Teil eines Kondensators eingesetzt, die Gefäßwand demgegenüber als anderer.

Derartige Elektroden müssen zunächst gegenüber 30 der Gefäßwand elektrisch isoliert sein. Um den Einsatz solcher Elektroden in korrosiven Flüssigkeiten oder Gasen zu ermöglichen, muß das Elektrodenmaterial ferner einen Korrosionsschutz erhalten.

#### Stand der Technik

Aus dem Stand der Technik (Produktübersicht der Firma VEGA, Füllstand- und Druckmeßtechnik, S. 1, 7, 34, 35) sind Elektroden bekannt, die aus einem elektrisch 40 leitfähigen Kern bestehen, der mit einer isolierenden Hülle umgeben ist. Bei den bekannten Elektroden besteht der elektrisch leitfähige Kern aus hochbeständigen Werkstoffen, die auch einen Einsatz bei aggressiven Flüssigkeiten ermöglichen; als Werkstoffe für die Isolation werden Kunststoffe aus PE, PA, FEP oder PTFE verwendet. Die Standzeit der bekannten Elektroden ist allerdings für einige Anwendungen nicht ausreichend.

## Darstellung der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine gattungsgemäße Elektrode dahingehend weiterzubilden, daß sie auch besonders aggressiven Umgebungen in Gefäßen deutlich länger standhält als die gattungsgemä- 55 Ben Elektroden. Weiterhin liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein Herstellungsverfahren für derartige Elektroden anzugeben.

Hinsichtlich des Erzeugnisses erfolgt die Lösung durch eine Elektrode mit den Merkmalen des Patentanspruchs 1. Vorteilhafte Weiterbildungen dieser Elektrode sind mit den Merkmalen der Unteransprüche 2 bis 15 gekennzeichnet. Hinsichtlich des Herstellungsverfahrens ist eine Lösung der Aufgabe im Patentanspruch 16 angegeben. Weiterbildungen des Herstellungsverfah- 65 rens sind mit den Merkmalen der Unteransprüche 17 bis 26 gekennzeichnet

Der wesentliche Vorteil der vorliegenden Erfindung

liegt darin, daß die elektrisch isolierende Hülle aus einer auf den Kern aufgebrachten Diamantbeschichtung besteht. Eine derartige Schicht ist gut isolierend (p = 5 · 1012 Ωcm) und hält einer chemisch aggressiven Um-5 gebung länger Stand als die Isolation bei den bekannten Elektroden. Außerdem sind Diamantschichten auch für hohe Einsatztemperaturen geeignet. Die erfindungsgemäße Elektrode kann beispielsweise bei Temperaturen von etwa 350°C noch verwendet werden, was einen Um den Füllstand einer Flüssigkeit in einem Gefäß zu 10 Einsatz in Druckbehältern mit Wasser von 160 bar erlaubt

Diamantbeschichtungen sind in verschiedenen Bereichen der Technik als im wesentlichen ebene Schichten bereits beschrieben. Im Bereich der Halbleitertechnik werden Diamantschichten als elektrische Funktionsschichten untersucht. Die maximal beschichtbare Größe liegt derzeit bei planaren 4-Zoll-Wafern. Die Verwendung von Diamant als Schutzschicht ist in der DE-OS 43 00 223 offenbart, wo die Wände eines Hochtempera-Gasphase und Flüssigkeitsphase ausgenutzt wird. In 20 tur-Plasmareaktors mit einer Schutzschicht aus Diamant überzogen sind, um beim Betrieb des Plasmareaktors die Erosion an den Innenwänden zu reduzieren.

Ein generell bekanntes Problem bei Isolations- und Korrosionsschichten ist die Ausbildung von Poren in der Schicht. Derartige Poren entstehen beim Beschichtungsprozeß durch Verunreinigungen auf der zu beschichtenden Oberfläche. Diese Bereiche können von der Diamantschicht nicht überwachsen werden, so daß nicht beschichtete Bereiche vorliegen. Die bekannten Beschichtungen weisen vergleichsweise viele Poren auf. Dadurch kommt es bei der Verwendung als elektrische Funktionsschicht zu Störungen. Im Bereich der Halbleitertechnik werden die mit Poren belegten Waferbereiche und damit Bauelemente, deren Funktion durch die 35 Porosität beeinträchtigt ist, aussortiert und als Ausschuß dem Herstellungsprozeß entzogen. Bei der Schutzschicht in der DE-OS 43 00 223 ist die Problematik der Porosität nicht erwähnt.

Im bevorzugten Anwendungsgebiet für die erfindungsgemäßen Elektroden, die Messung von Füllständen in Flüssigkeiten, ist es insbesondere bei Flüssigkeiten mit schlechter Leitfähigkeit erforderlich, Leckströme zu vermeiden oder wenigstens auf ein Minimum zu reduzieren, um die Messung möglichst wenig zu stören, da sich in diesem Fall die Leitfähigkeit von Flüssigphase und Gasphase nur geringfügig unterscheiden. Die Elektrode darf somit auf ihrer gesamten Oberfläche keine oder nur einige wenige Poren aufweisen, denn die Leckströme treten nicht nur an den Verunreinigungen und damit Poren selbst auf, sondern es kommt beim Betrieb zum Abplatzen der Diamantschicht im Bereich um die Verunreinigungen, wodurch zusätzliche Leckströme

Gerade bei der zu beschichtenden Länge und der zu beschichtenden Geometrie sprechen diese Probleme zunächst gegen den Einsatz einer Beschichtung. Erst durch eine umfangreiche Reinigungsprozedur vor der Beschichtung ist es möglich geworden, die Porosität der Beschichtung für eine stabförmige, insbesondere zylinderförmige Geometrie zufriedenstellend zu minimieren. Ohne die beim erfindungsgemäßen Herstellungsverfahren verwendete Reinigungsprozedur erhält man auf der gesamten Elektrodenoberfläche eine Vielzahl von Poren (50 oder mehr), die beim Betrieb der Elektrode durch aufsteigende Gasblasen sichtbar sind. Erst durch die Reinigung beim erfindungsgemäßen Herstellungsverfahren ist die Porenbildung ganz unterdrückt oder es bilden sich nur einige wenige Poren aus.

In einer Weiterentwicklung der Erfindung ist vorgesehen (Patentanspruch 7), eine mit Stickstoff dotierte Diamantbeschichtung zu verwenden. Derartige Diamantschichten haben den Vorteil, daß sie einen hohen Isolationswiderstand aufweisen, während gleichzeitig die Temperaturabhängigkeit des Widerstands gering gehalten wird. In der DE-OS 43 31 701 ist die Dotierung von Planardiamantschichten beschrieben, um eine möglichst hohe Durchbruchfeldstärke zu erreichen.

In weiterer Ausgestaltung (Patentanspruch 13) ist 10 vorgesehen, daß die Diamantbeschichtung in Längsrichtung der stabförmigen Elektrode Löcher aufweist, die einen gleichmäßigen und vorgebbaren Abstand voneinander aufweisen. Derartige Elektroden haben den Vor-Flüssigkeitsstand hineinragen können, und je nach Füllstand der gemessene Strom sprunghaft ansteigt, so daß man mit einer Elektrode verschiedene Füllstandshöhen

Die Verwendung karbidbildender Metalle gemäß Pa- 20 tentanspruch 6 hat den Vorteil, daß eine zwischen Metall- und Diamantbeschichtung gebildete Karbidschicht die Haftung der Diamantschicht unterstützt. Weitere vorteilhafte Ausführungsformen (Patentanspruch 8 und 9) sehen vor, die Spitze der Elektrode, die nicht von der 25 Hülle umschlossen ist, ebenfalls mit einer speziellen Beschichtung zu versehen, um auch hier die Korrosion so gering wie möglich zu halten. In einem Ausführungsbeispiel erfolgt dies mit einem gut leitfähigen Edelmetall wie z. B. Gold oder Platin (Patentanspruch 8). Außer- 30 dem wird mit dieser Beschichtung der Übergangswiderstand zur flüssigen Phase gering gehalten. In einem alternativen Ausführungsbeispiel (Patentanspruch 9) wird die Spitze der Elektrode mit einer speziellen niederohmigen Diamantschicht ( $\rho \approx 5 \cdot 10^1 \ \Omega \text{cm}$ ) beschichtet. 35 Dabei wird die Tatsache ausgenutzt, daß durch eine Dotierung mit Bor der spezifische Widerstand von Diamantschichten um mehrere Größenordnungen reduziert werden kann. Solche niederohmigen Diamantschichten als Elektrodenspitze haben den zusätzlichen 40 Vorteil, daß sie auch in stark aggressiven Umgebungen eingesetzt werden können, in denen Edelmetalle nur schwer verwendbar sind. Weiterhin vorteilhaft ist es, generell eine haftungsverbessernde Zwischenschicht (Patentanspruch 15) vorzusehen, um die Haftung der 45 Diamantschicht auf der Metalloberfläche zu verbessern. Hierfür kommen Wolframcarbid (WC) oder Platin (Pt) in Betracht. Eine Platinschicht hat den zusätzlichen Vorteil, daß für die konduktive Messung die Spitze nicht gesondert platiniert werden müßte, wie dies bei der 50 Ausführung gemäß Patentanspruch 8 der Fall ist. Vorzugsweise sollte die Diamantschicht dicker als 4 µm sein (Patentanspruch 14), um einen Einfluß der unteren Keimbildungszone auf der Metalloberfläche zu unterdrücken. Dieser untere Bereich hat üblicherweise eine 55 deutlich höhere spezifische Leitfähigkeit als der darauf aufgewachsene Bereich der Diamantschicht.

Eine erfindungsgemäße Elektrode für die konduktive Messung ist in Fig. 1 in zylinderförmiger Ausführung dargestellt. Als Kern wird ein Wolframstab verwendet, 60 der mit einer Diamantbeschichtung überzogen ist. Die nicht beschichtete Spitze 3 der Elektrode ist mit einer Edelmetallbeschichtung überzogen. Die obere Elektrode durchdringt die Gefäßwand 1 und ragt in die Gasphase hinein, während die untere Elektrode ebenfalls die 65 Gefäßwand 1 durchdringt und in die Flüssigkeit hineinragt. Der Flüssigkeitspegel ist mit 5 bezeichnet. Damit die Spannung zwischen der Elektrodenspitze und der

Gefäßwand gemessen werden kann, muß die Elektrode gegenüber der Gefäßwand elektrisch isoliert sein. Dies wird von der erfindungsgemäßen Diamantbeschichtung erfüllt. Zur Verbindung der Elektrode 2 mit der Gefäßwand 1 dient das Aufbringen einer Metallisierung, mit deren Hilfe die Elektrode 2 mit dem Gehäuse 1 verschweißt oder aufgelötet werden kann (Pos. 4). Um eine haftfeste Verbindung eines Metalls auf der Diamantschicht zu gewährleisten, müssen die nachfolgend angegebenen Verfahrensschritte erfolgen. Zunächst wird eine Metallisierung bestehend aus Titan oder Platin in dem Bereich, der für die Verschweißung oder Lötung vorgesehen ist, aufgebracht. Anschließend wird der Verbund Wolfram-Diamant-Titan/Platin im Ultrahochvateil, daß sie vertikal in das Gefäß mit dem zu messenden 15 kuum aufgeheizt, um durch Diffusion des Titan/Platin in die Diamantschicht eine haftfeste Verbindung zu erreichen. Zur Vermeidung der Oxidation des Titan/Platin wird in diesem Bereich abschließend eine Goldschicht aufgebracht.

Nachfolgend ist ein Ausführungsbeispiel angegeben. mit dem die erfindungsgemäßen Elektroden hergestellt werden können:

- Als Kern der erfindungsgemäßen Elektroden werden Wolframstäbe mit einer zylindrischen Geometrie verwendet. Die Stäbe haben einen Durchmesser von 2 mm und eine Länge von 175 mm. Sie weisen weiterhin eine abgerundete Spitze mit einem Radius von 1 mm auf.
- Die Wolframstäbe werden zunächst durch Sandstrahlen mit einem Druck von 5 bis 7 bar mechanisch aufgerauht, denn durch eine derartige Aufrauhung der Oberfläche wird eine möglichst gute Verankerung der Diamantschicht erzielt.
- Anschließend erfolgt eine Reinigung der Woiframstäbe durch Ethanol für 10 min im Ultraschallbad, um Sandkörner oberflächlich zu entfernen.
- Anschließend ist eine Behandlung mit einer Ätzlösung notwendig. Im speziellen Fall wird mit einer sogenannten "Murakami-Ätze" (7,5 g KOH 7,5 g Blutlaugensalz 35 ml aqua dest) für 2-3 min gearbeitet, um fest eingeschlossene Sandkörner auszu-
- Anschließend erfolgt eine Reinigung mit Wasser für eine Stunde im Ultraschallbad, um Säurereste abzuspülen und letzte Partikel zu entfernen.
- Zur Vorbereitung der Beschichtung wird die zu beschichtende Oberfläche des Wolframstabes mehrfach mit Diamantpulver der Körnung 0.25 um bis 3 µm beaufschlagt, um eine ausreichende Anzahl an Diamantkeimen auf der Oberfläche zu deponieren. Dies erfolgt mit Diamantpulver aus der Air-Brush-Pistole oder einer Ultraschallbehandlung mit Diamantsuspension. Dabei ist es erforderlich, daß die Oberfläche nach jedem Bekeimen abgerieben wird, um die Diamantkörner auf der Oberfläche zu verteilen.
- Eine abschließende Reinigung findet in Ethanol für 10 min im Ultraschallbad statt, um nur lose verankerte Diamantkörner wieder zu entfernen.
- Nun beginnt die eigentliche Beschichtung, die mit der Heißdraht CVD-Methode erfolgt, wobei als Filamentmaterial Woifram verwencet wird. Die Filamentabstände werden so gewählt, daß eine möglichst gleichmäßige Temperaturverteilung erhalten wird. Die Beschichtungsdauer beträgt etwa 40 Stunden mit einer Depositionsrate von 0.3 um/h wobei nach 20 Stunden die Elektrode vor den

10

15

Heißdrahtfilamenten gewendet wird, um eine möglichst homogene Rundumbeschichtung zu erreichen. Vorteilhaft ist es, wenn die Diamantoberfläche nach der Beschichtung abschließend einem Sauerstoffplasma ausgesetzt wird, um die Oberflächenleitfähigkeit der Diamantschicht deutlich zu reduzieren.

## Bezugszeichenliste

- 1 Gefäßwand
- 2 diamantbeschichtete Wolframelektrode
- 3 Elektrodenspitze mit Edelmetall
- 4 gelötete Verbindung
- 5 Flüssigkeitsstand

#### Patentansprüche

- 1. Stabförmige, insbesondere zylinderförmige, Elektrode, mit einem Kern aus elektrisch leitfähigem Material und einer Hülle, die den Kern bis auf einen oder beide Endbereiche umschließt, wobei die Hülle aus elektrisch isolierendem Material besteht dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei der Hülle um eine auf den Kern aufgebrachte Beschichtung aus Diamant handelt.
- Elektrode nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die L\u00e4nge der Elektrode zwischen 50 mm und 300 mm, insbesondere zwischen 100 mm und 200 mm betr\u00e4gt.
- 3. Elektrode nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß es sich um eine zylinderförmige Elektrode handelt, bei der der Durchmesser des Kerns zwischen 0,1 mm und 10 mm liegt.
- 4. Elektrode nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß wenigstens ein Ende des Kerns der Elektrode abgerundet ist, wobei der Radius der Abrundung dem Radius des Kerns entspricht.
- Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Kern aus einem 40 metallischen Material besteht.
- 6. Elektrode nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß es sich um ein karbidbildendes Metall handelt, z. B. Wolfram.
- Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 6, 45 dadurch gekennzeichnet, daß die Diamantbeschichtung mit Stickstoff dotiert ist.
- 8. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß ein nicht von der Hülle umschlossenes Ende des Kerns eine Beschichtung aufweist, die aus einem Metall mit hoher elektrischer Leitfähigkeit besteht, insbesondere aus einem Edelmetall, beispielsweise Au oder Pt.
- 9. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß ein nicht von der Hülle umschlossenes Ende des Kerns eine niederohmige Diamantschicht aufweist, deren spezifischer Widerstand kleiner als 1000  $\Omega$ cm, vorzugsweise kleiner als 100  $\Omega$ cm ist.
- Elektrode nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß es sich um eine mit Bor dotierte Diamantschicht handelt.
- 11. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Hülle der Elektrode einen oder mehrere Bereiche mit einer Metallisierung, beispielsweise aus Ti oder Pt, aufweist.
- 12. Elektrode nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Metallisierung mit einer Oxida-

- tionsschutzschicht, beispielsweise aus Au, überzogen ist.
- 13. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Hülle in Längsrichtung Löcher aufweist, die einen gleichmäßigen und vorgebbaren Abstand voneinander aufweisen.
- 14. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Diamantschicht dicker als 4 µm ist.
- 15. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen Kern und Hülle eine Zwischenschicht aus WC oder Pt vorgesehen ist.
- 16. Verfahren zur Herstellung einer Eiektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 15, gekennzeichnet durch folgende Herstellungsschritte:
  - mechanische Aufrauhung des elektrisch leitfähigen Kerns, insbesondere durch Sandstrahlen.
  - Reinigung mit Alkohol, insbesondere Ethanol, im Ultraschallbad,
  - Behandlung mit einer Ätzlösung
  - Reinigung mit Wasser im Ultraschallbad
  - mehrfaches Beschießen der zu beschichtenden Bereiche des Kerns mit Diamantpulver (Bekeimen)
  - Abreiben der Oberfläche nach jedem Bekeimen
  - Reinigung mit Alkohol, insbesondere Ethanol, im Ultraschallbad,
  - Aufbringen der Diamantschicht mit CVD-Verfahren, vorzugsweise Heißdraht-CVD.
- 17. Verfahren nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß als Kern ein Wolframstab verwendet wird.
- 18. Verfahren nach Anspruch 16 oder 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Aufrauhung mit Sandstrahlen mit einem Druck von 5 bis 7 bar erfolgt.
- 19. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß als Ätzlösung eine "Murakami-Ätze" (7,5 g KOH 7,5 g Blutlaugensalz 35 ml aqua dest) verwendet wird.
- 20. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß zum Bekeimen Diamantpulver der Körnung 5 nm bis 75 µm, insbesondere 0.25 µm bis 3 µm verwendet wird.
- 21. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß die Bekeimung durch Diamantpulver aus der Air-Brush-Pistole oder durch Ultraschallbehandlung mit Diamantsuspension erfolgt.
- 22. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß die alkoholische Reinigung während einer Zeitdauer von mindestens 10 Minuten erfolgt.
- 23. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß die Wasserbadreinigung während einer Zeitdauer von mindestens 1 h erfolgt.
- 24. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 23, dadurch gekennzeichnet, daß als Filamentmaterial für die Heißdraht-CVD-Beschichtung Wolfram verwendet wird.
- 25. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 24. dadurch gekennzeichnet, daß die Heißdraht-CVD-Beschichtung über eine Zeitdauer von etwa 40 h erfolgt, wobei vorzugsweise nach der Hälfte der Zeit die Elektrode vor den Heißdrahtfilamenten

10

15

ñ

Heißdrahtfilamenten gewendet wird, um eine möglichst homogene Rundumbeschichtung zu erreichen. Vorteilhaft ist es, wenn die Diamantoberfläche nach der Beschichtung abschließend einem Sauerstoffplasma ausgesetzt wird, um die Oberflächenleitfähigkeit der Diamantschicht deutlich zu reduzieren.

#### Bezugszeichenliste

- 1 Gefäßwand
- 2 diamantbeschichtete Wolframelektrode
- 3 Elektrodenspitze mit Edelmetall
- 4 gelötete Verbindung
- 5 Flüssigkeitsstand

#### Patentansprüche

- 1. Stabförmige, insbesondere zylinderförmige, Elektrode, mit einem Kern aus elektrisch leitfähigem Material und einer Hülle, die den Kern bis auf einen oder beide Endbereiche umschließt, wobei die Hülle aus elektrisch isolierendem Material besteht dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei der Hülle um eine auf den Kern aufgebrachte Beschichtung aus Diamant handelt.
- Elektrode nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Länge der Elektrode zwischen 50 mm und 300 mm, insbesondere zwischen 100 mm und 200 mm beträgt.
- 3. Elektrode nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß es sich um eine zylinderförmige Elektrode handelt, bei der der Durchmesser des Kerns zwischen 0,1 mm und 10 mm liegt.
- 4. Elektrode nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß wenigstens ein Ende des Kerns der Elektrode abgerundet ist, wobei der Radius der Abrundung dem Radius des Kerns entspricht.
- Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Kern aus einem 40 metallischen Material besteht.
- Elektrode nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß es sich um ein karbidbildendes Metall handelt, z. B. Wolfram.
- Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 6, 45 dadurch gekennzeichnet, daß die Diamantbeschichtung mit Stickstoff dotiert ist.
- 8. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß ein nicht von der Hülle umschlossenes Ende des Kerns eine Beschichtung aufweist, die aus einem Metall mit hoher elektrischer Leitfähigkeit besteht, insbesondere aus einem Edelmetall, beispielsweise Au oder Pt.
- 9. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß ein nicht von der Hülle umschlossenes Ende des Kerns eine niederohmige Diamantschicht aufweist, deren spezifischer Widerstand kleiner als 1000  $\Omega$ cm, vorzugsweise kleiner als 100  $\Omega$ cm ist.
- Elektrode nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß es sich um eine mit Bor dotierte Diamantschicht handelt.
- 11. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Hülle der Elektrode einen oder mehrere Bereiche mit einer Metallisierung, beispielsweise aus Ti oder Pt, aufweist.
- 12. Elektrode nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Metallisierung mit einer Oxida-

tionsschutzschicht, beispielsweise aus Au, überzogen ist.

- 13. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Hülle in Längsrichtung Löcher aufweist, die einen gleichmäßigen und vorgebbaren Abstand voneinander aufweisen.
- 14. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Diamantschicht dicker als  $4 \mu m$  ist.
- 15. Elektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen Kern und Hülle eine Zwischenschicht aus WC oder Pt vorgesehen ist.
- 16. Verfahren zur Herstellung einer Eiektrode nach einem der Ansprüche 1 bis 15, gekennzeichnet durch folgende Herstellungsschritte:
  - mechanische Aufrauhung des elektrisch leitfähigen Kerns, insbesondere durch Sandstrahlen.
  - Reinigung mit Alkohol, insbesondere Ethanol, im Ultraschallbad,
  - Behandlung mit einer Ätzlösung
  - Reinigung mit Wasser im Ultraschallbad
  - mehrfaches Beschießen der zu beschichtenden Bereiche des Kerns mit Diamantpulver (Bekeimen)
  - Abreiben der Oberfläche nach jedem Bekeimen
  - Reinigung mit Alkohol, insbesondere Ethanol, im Ultraschallbad,
  - Aufbringen der Diamantschicht mit CVD-Verfahren, vorzugsweise Heißdraht-CVD.
- 17. Verfahren nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß als Kern ein Wolframstab verwendet wird.
- 18. Verfahren nach Anspruch 16 oder 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Aufrauhung mit Sandstrahlen mit einem Druck von 5 bis 7 bar erfolgt.
- 19. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß als Ätzlösung eine "Murakami-Ätze" (7,5 g KOH 7,5 g Blutlaugensalz 35 ml aqua dest) verwendet wird.
- 20. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß zum Bekeimen Diamantpulver der Körnung 5 nm bis 75 um, insbesondere 0.25 µm bis 3 µm verwendet wird.
- 21. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß die Bekeimung durch Diamantpulver aus der Air-Brush-Pistole oder durch Ultraschallbehandlung mit Diamantsuspension erfolgt.
- 22. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß die alkoholische Reinigung während einer Zeitdauer von mindestens 10 Minuten erfolgt.
- 23. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß die Wasserbadreinigung während einer Zeitdauer von mindestens 1 h erfolgt.
- 24. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 23, dadurch gekennzeichnet, daß als Filamentmaterial für die Heißdraht-CVD-Beschichtung Wolfram verwendet wird.
- 25. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 24. dadurch gekennzeichnet, daß die Heißdraht-CVD-Beschichtung über eine Zeitdauer von etwa 40 h erfolgt, wobei vorzugsweise nach der Hälfte der Zeit die Elektrode vor den Heißdrahtfilamenten

gewendet wird.

26. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 25, dadurch gekennzeichnet, daß auf einen oder mehrere Bereiche eine Metallisierung aufgebracht wird, vorzugsweise aus Ti oder Pt, daß die Elektrode im UHV aufgeheizt wird und daß danach eine Oxidationsschutzschicht aus Au über den metallisierten Bereich aufgebracht wird.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

Nummer:

DE 196 03 093 A1

Int. Cl.<sup>6</sup>: Offenlegungstag: **G 01 F** 23/22 31. Juli 1997

